

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平1-274835

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成1年(1989)11月2日

B 01 J 10/00
C 01 B 11/02
11/06

A-6865-4G

A-7202-4G

A-7202-4G 審査請求 未請求 請求項の数 17 (全10頁)

⑮ 発明の名称 気体と液体との連続反応方法および装置

⑯ 特 願 昭63-104363

⑰ 出 願 昭63(1988)4月28日

⑱ 発 明 者 ロバート イー ヤン アメリカ合衆国、オハイオ州 44256、メダイナ、リバー
ト ステイクス ロード 6849番
⑲ 発 明 者 フイリツプ エイ ラ アメリカ合衆国、オハイオ州 44140、ベイ ビレッジ、
ーソン ウォルマー ドライブ 351番
⑳ 出 願 人 クオントム テクノロ アメリカ合衆国、オハイオ州 44087、ツインズバーグ、
ジーズ インコーポレ エンタープライズ パークウェイ 1632番
イテツド
㉑ 代 理 人 弁理士 浜田 治雄

明細書の浄書(内容に変更なし)
明 細 書

1. 発明の名称

気体と液体との連続反応方法および装置

2. 特許請求の範囲

(1) 併行して流れる気体および液体反応体の間の化学反応に連続的に作用して所望の液体生成物を形成する装置の小型集成体であって、特定される順序で連続して密接に連結された次の単位装置:

- (a) 入口末端に近接した気体についておよび液体についての別々の入口に加えてそれぞれ気体および液体を前記入口に連続的に供給する手段と結果的に得られる気体/液体混合物を排液する出口とを有する加圧、液体駆動、インライン併行流流れ混合装置と、
(b) 絞り嵌め固定子素子を備え少なくとも1つの機械的に駆動する多羽根羽根車を有する封止された、再生タービンポンプ手段であって、前記ポンプ手段が気体/液体混合物を定常的に前記ポンプ手段を介してその

出口部に推進すると同時に気体/液体混合物の圧力を少なくとも1気圧増加させるよう適合された再生タービンポンプ手段と、

(c) 前記流れ混合装置の出口と前記封止された、再生タービンポンプ手段の入口との間の流体移送導管と、並びに

(d) 所望の過圧圧力と実質的な気体ヘッドスペースとを維持するよう圧力調節手段と液体レベル調節手段とを備える封止、過圧、圧力密封、生成物受入れタンクであって、前記タンクの側壁に配置する入口開口と流体移送導管とが前記入口開口と(b)の再生ポンプ手段からの前記出口とを連結し、前記タンクは気体ヘッドスペースと下部の液体保持スペースとを(e)の前記併行流流れ混合装置についての気体および液体供給手段に連結する流体循環導管をも備える生成物受入れタンクと

からなることを特徴とする装置の小型集成体。

(2) 前記(e)の流れ混合装置の液体入口へ液体を

連続的に供給する手段が少なくとも約 40 psia の圧力で液体を供給し得る請求項 1 記載の装置の小型集成体。

(3) 前記混合装置がベンチュリジェットミキサからなる請求項 2 記載の装置。

(4) 前記 (b) の再生タービンポンプ手段が多羽根羽根車を備える少なくとも 2 つの段を有しかつ前記羽根車を 1000 rpm を越える速度で回転させるよう適合された駆動手段を有する請求項 1 記載の装置の小型集成体。

(5) それぞれの羽根車が少なくとも 10 の羽根を有する請求項 4 記載の装置の集成体。

(6) 前記ポンプ手段が自動充填再生タービンポンプである請求項 4 記載の装置の集成体。

(7) 塩素ガスを希薄苛性アルカリ水溶液と反応させることにより一貫した品質の希薄次亜塩素酸塩漂白水溶液の定常的供給を連続的に与えるに際し、

(a) 塩素ガスとの所望の反応について少なくともほぼ化学量論的割合の塩素ガスと苛性

分離する帯域に導入し、

(b) その結果得られる液体漂白溶液を生成物として前記分離帯域の下部でかつ未反応塩素ガスを前記ヘッドスペースで集め、

(c) 工程 (b) の前記分離帯域で集めた少なくとも 1 つの流体の幾分かを工程 (a) の前記併行流流れ混合帯域の上流端にもどして再循環させる、

ことからなる一貫した品質の希薄次亜塩素酸塩漂白水溶液の定常的供給を連続的に与える方法。

(8) 前記苛性アルカリソーダの希薄水溶液の濃度およびこれが前記塩素ガスと反応する比率を約 1 ~ 約 6 重量 % の次亜塩素酸ナトリウムを含有する液体漂白溶液を与えるよう調節する請求項 7 記載の方法。

(9) (d) の分離帯域で集めた未反応塩素ガスおよび液体漂白溶液を (a) の前記併行流流れ混合帯域の上流端に再循環する請求項 7 記載の方法。

(10) 工程 (a) および (c) を数秒のみで実施する請求

アルカリソーダの希薄水溶液とを過圧加圧流体駆動、インライン、併行流流れ混合帯域の上流端に連続的に供給して均質気体-液体反応混合物を形成し、実質的に大気圧未満でない圧力で前記混合帯域の下流端から前記混合物を排液し、

(b) (a) で排液した反応混合物を機械的に操作された再生、流体推進の上流端に直接導入し、少なくとも 1 つの多羽根回転羽根車が側部流路固定子に隣接して駆動されるポンプ帯域を再加圧して前記ポンプ帯域を介して強い気体/液体相互作用および前記反応混合物の高度の乱流に作用を与え、同時に少なくとも約 1 気圧前記混合物の圧力を上昇させ、少なくとも 2 気圧の絶対圧力で前記混合物を排液し、

(c) (b) で排液した混合物を少なくとも約 2 気圧の絶対圧力に維持され上部に設けた相当の大きさの気体ヘッドスペースを備える封止された生成物を受入れかつ気体-液体を

項 7 記載の方法。

(11) 工程 (c) で記載した分離帯域で維持される圧力が約 40 ~ 80 psia でありかつ工程 (a) の併行流流れ混合帯域を駆動するよう働く過圧加圧流体のもの以上である請求項 7 記載の方法。

(12) 気体および液体反応体の間の化学反応に連続的に作用するに際し、

(a) 前記反応体を流体圧力駆動、インライン、併行流流れ混合帯域の上流端に実質的に大気圧を越える圧力で供給された少なくとも 1 つの前記反応体と共に連続的に供給し、これにより均質気体-液体反応混合物を形成し、

(b) 少なくとも 1 つの前記反応体が (a) で供給される圧力より低い実質的に大気圧未満でない圧力で前記混合帯域の下流端から前記気体-液体反応混合物を排液し、

(c) (b) で排液した反応混合物を少なくとも 1 つの多羽根回転羽根車が側部流路固定子に隣接して高速で駆動される機械的に操作さ

れた、再生、流体推進かつ再加圧ポンプ帯域に直接移送して前記ポンプ帯域を介して前記反応混合物の強力な気体／液体相互作用および高度の乱流に作用を与え、同時に少なくとも約1気圧前記混合物の圧力を上昇させ、少なくとも約2気圧の絶対圧力で前記混合物をこれより排液し、

- (d) (c)で排液されこのように加圧した混合物が大気圧を少なくとも約1気圧越える調節された圧力に維持され相当な大きさの気体ヘッドスペースを保持するよう設けられた液体レベル調節手段を備え下部領域に大きな液体保持スペースをも維持する過圧、圧力密封、生成物受入れおよび気体／液体分離帯域を通過させ、
- (e) 所望の液体生成物を前記気体－液体分離帯域の下部領域で、未反応気体蓄積物を前記気体ヘッドスペースで集め、
- (f) 前記ヘッドスペースで集める気体および(d)の前記分離帯域の前記下部領域で蓄積す

る液体のいずれか一方または両方の幾分かを(a)の前記併行流流れ混合帯域の上流端にもどして再循環させる、

ことからなる気体および液体反応体の間の化学反応の連続作用方法。

- (13) 前記液体反応体を(a)で約40 psia以上で供給し、前記(d)の帯域を前記液体反応体が(a)で供給される圧力よりも高い調節圧力に維持する請求項12記載の方法。
- (14) 気体反応体を Cl_2 、 HCl 、 SO_2 、 O_2 、並びに NO_2 よりなる群から選択しかつ液体反応体を有機液体とする請求項12記載の方法。
- (15) 気体反応体が Cl_2 でありかつ液体反応体がアルカリ金属の塩または水酸化物の水溶液である請求項12記載の方法。
- (16) 併行流で流れる気体および液体反応体の間の所望の反応に作用して実質的に固形物を含有しない所望の液体生成物を連続的に製造するに際し、

- (a) 前記反応体を0.1を越える気体に対する液体の容積比を与える割合で流体圧力駆動、インライン、併行流流れ混合帯域の上流端に連続的に供給し、少なくとも1つの前記反応体を過圧圧力で導入し、
- (b) (a)で形成され結果的に得られる気体－液体反応混合物を前記混合帯域の下流端から少なくとも1つの流体反応体が(a)で供給される圧力よりは低い実質的に大気圧未満でない圧力で排液し、
- (c) (b)で排液された前記反応混合物を少なくとも1つの多羽根回転羽根車が側部流路固定子に隣接して高速で駆動される機械的に操作された、再生、多段流体推進および再加圧ポンプ帯域の上流端に直接移送して前記ポンプ帯域を介して前記反応混合物の強い気体－液体相互作用および高度の乱流に作用させ、同時に少なくとも約1気圧前記混合物の圧力を上昇させ、少なくとも約2気圧の絶対圧力で前記混合物をこれより排

液し、

- (d) (c)で排液された混合物を少なくとも約2気圧の絶対圧力で維持され上部に保持された相当大きな気体ヘッドスペースを備える封止生成物受入れおよび気体－液体分離帯域へと通過させ、
- (e) 所望の液体生成物を前記気体－液体分離帯域の下部領域で未反応気体蓄積物を前記気体ヘッドスペースで集め、
- (f) 少なくとも1つの前記液体生成物および前記未反応気体を(e)から再循環させて前記(a)の併行流流れ混合帯域の上流端にもどす、ことからなる併行流で流れる気体および液体反応体の間の所望の反応に連続的に作用する方法。
- (17) 気体反応体が Cl_2 でありかつ液体反応体がアルカリ金属水酸化物の希薄水溶液である請求項16記載の方法。

3. 発明の詳細な説明

〔発明の概要〕

連続システム、方法および付随する装置を気体と液体とを反応させて気体または液体生成物を製造することについて開示する。好適なシステムは、塩素のような反応性気体と苛性アルカリソーダのような水溶液とからなり、極めて小型のリアクタ装置内で十分な過圧圧力の下、乱流併行流でこれを連続的に組合せ反応させる。次亜塩素酸塩または次亜塩素酸の水溶液のような液体漂白溶液が主として意図する生成物のうちのものである。主リアクタ装置は流体圧力駆動、インライン混合装置よりなり、低すべり

(密着嵌合) 再生タービンポンプ装置を続けて連結する。前記ポンプ装置の密着嵌合固定子素子の流体口は、少なくとも羽根の約半分に等しい半径寸法を有すべきである。液体リングコンプレッサではこれらの口は前記羽根の下部に隣接して位置するのに対し、タービンポンプではこれらは一般に前記羽根の中央部に隣接する。

(産業上の利用分野)

本発明は、気体と液体との間の化学反応に連

続的に作用する技術に関する。さらに詳しくは、これは、この種の気体-液体反応から液体生成物を連続的に製造する改良されたシステム、装置並びに方法に関する。実際、本発明のシステムおよび装置は、定常状態流れ系で気体-液体反応を行って、例えば連続プロセスで使用する必要に応じて化学物質を提供する調節された比率で一貫した品質の所望の気体または液体産物を生産する。好適なシステムは、有意量の不溶性固形物を含有しない液体生成物を製造するものである。特に適切な幾つかの気体-液体反応の例には次のものが含まれる：

- (1) 塩素気体と苛性アルカリ水溶液とで次亜塩素酸および/または次亜塩素酸塩の溶液を得る、
- (2) 有機液体を HCl 、 Cl_2 、 SO_2 、 O_2 、または NO_2 のような気体と反応させて対応する液体有機誘導体を生成する、
- (3) 亜塩素酸塩または塩素酸塩材料の水溶液を O_2 、 NO_2 、 Cl_2 、 HCl または SO_2

のような気体と反応させて気体としてまたは溶液で二酸化塩素を得る。

[従来の技術]

気体-液体反応体に連続的に作用するシステムおよび装置は、従来は気体および液体の反応体流の逆行流流れに偏していた。長い間存在し注目値するこの支配的な傾向の例には充填カラム、バブル・トレイカラム、スプレータワー並びに類似物のような運転装置で広く用いられる実用品が含まれる。

気体を液体と定常状態併行流流れシステムで反応させることにより流体化学試薬を連続的に製造する希な例は、オフボーンらの米国特許第2,889,199号および第2,965,443号に記載されているが、そこでは塩素ガスを水酸化カルシウムの水性スラリーと反応させて次亜塩素酸カルシウム漂白溶液を製造する。しかしながら、これらの特許で用いられたリアクタは通常のパイプのより長い長さのものまたはループを越えるものよりなるものではない(図面の参照番号16)。

前記液体を処理する目的で気体-液体を混合することに向けられた他の特許は、トルブに対する米国第2,606,150号およびマツオカらの米国第3,997,631号のような併行流流れ装置およびシステムをも開示する。これらの特許は、オゾンガスを例えば水のような処理される液体に混合する液体ジェットエグクタまたはエジェクタを使用することが特徴である。同様のエジェクタは、例えば米国特許第4,483,826号(ロウサン)、第1,808,956号(ケテルエル)、第2,020,850号(ミヒレンら)、並びに第2,127,571号(パルディ, Jr.)のように気体-液体反応に作用する種々のシステムおよび装置にも用いられた。しかしながら、米国第4,483,826号および第1,808,956号はバッチまたは半バッチ操作のみに向けられ、これに対し米国第2,020,850号および第2,127,571号により教示された連続反応システムは気体および液体反応体の間の逆行流総合流れパターンによるものであり、前記特許で示されたエジェクタ

装置に生起する併行流は局在するに過ぎない。さらに、後者の2つの参考文献の装置およびシステムは、これらが双方ともそこで使用する装置、特にエジェクタ、ポンプ、バルブ、セパレータ等の種々のものの全ての繰返し複合体であるため、操作するには不都合な程複雑、高価かつ扱い難い。

(発明が解決しようとする課題)

本発明の主な目的は、調節された条件下で反応体気体と反応体液体との間の化学反応に連続的に作用する簡単な手段を提供して一貫した品質の気体または液体生成物を製造することである。この目的の達成に付随する利点および利益は、生成物が運搬や貯蔵に困難または経費がかかる場合に工業的製造や処理に使用するこの種の生成物を供給する経済性および便利性について特に意義を有する。他の目的は、強力な攪拌および乱流気体-液体内部混合を備え、所望の気体-液体反応を促進すると共に要求される滞留時間を最小化する簡単、小型、インライン併

行流れ装置を案出することである。さらなる目的は、連続ベースで信頼でき一定の結果でこの種の気体-液体反応を効率的に実施する完全システムを提供することである。なお本発明の他の目的および利点は、後記する詳細な説明および特定の実施態様から明らかとなろう。

(課題を解決するための手段)

前記目的および利点は、次の順序で続けて連結した装置の3つの主要部分を含む完全併行流、インライン流れシステムを用いて所望の気体-液体反応を行うことにより達成される：

- (1) 均質な気体-液体混合物を形成するよう設けた流体圧力駆動、インライン、流れ混合装置、
- (2) 1もしくは複数の機械的に駆動する多羽根羽根車を備える封止再生タービンポンプ手段および推進途中に気体-液体混合物に強い乱流および相互作用を生起し、同時に少なくとも1気圧前記混合物の圧力を上昇させるよう設けた隣接共働する固定子素子、並びに

- (3) 実質的気体ヘッドスペースを維持するのに有効な圧力調節手段および液体レベル調節手段を備える封止生成物受入れおよび気体/液体分離タンク。

前記タンク(3)は好ましくは気体ヘッドスペースおよびその下部液体スペースからの導管を備え、気体および液体供給ラインを連結しそれぞれ前記流れ混合装置に導き、かくして前記装置を通過して気体および/または液体の一部が循環材料から形成されるのを許容する。同様に、所望の気体-液体反応を開始するのに最も適切と認められた特定種類のインライン、流れ混合装置(1)はベンチュリジェットミキサであり、一方この種の反応の進行した段階の完遂を促進するのに最も有効と認められた再生タービンポンプ手段(2)は多段タービンポンプまたは液体リングコンプレッサであり、液体流が容積で気体流の極めて過少な面分だけでなければタービンポンプが一般に好適である。

概して後に述べるが、本発明は、反応体気体

と反応体液体との間の化学反応を迅速に達成して、

- (a) 実質的に大気圧を越える圧力で反応体液体および/または反応体気体を流体駆動、インライン併行流れ混合帯域に連続的に供給して均質な気体/液体反応混合物を形成し、前記混合物を前記帯域から実質的に大気圧未満でないが少なくとも1つの前記反応体の供給圧力より低い圧力で排液し、
- (b) (a)で排液される気体/液体反応混合物を少なくとも1つの多羽根回転羽根車が少なくとも1つの側部流路固定子に隣接して駆動される機械的に操作された流体推進帯域の上流端に導入して前記帯域を介して前記反応混合物の強い気体/液体相互作用および高度の乱流を作用させ、同時に少なくとも1気圧前記混合物の圧力を上昇させ、少なくとも約2気圧である絶対圧力でこれより前記混合物を排液し、さらに
- (c) (b)で排液される混合物を少なくとも約2気

圧の絶対圧力に維持され上部に相当大きな気体ヘッドスペースを備える封止され生成物を受入れると共に気体-液体を分離する帯域に導入する

工程からなる方法により連続ベースで流体生成物を製造する。

勿論、多くの気体-液体反応について、工程(1)の気体/液体分離帯域から分離された気体および/または気体の幾分かを循環させて工程(4)のインライン併行流混合帯域のような全プロセスの最初の段階に戻せば望ましいことを検証し得る。よって、生成物収量を改善し反応体のより良い利用性を得る可能性に加えて、本システムの単純化された再循環の特徴は、例えば優れた品質制御を維持しつつ製造速度を調整する能力のようなきめ細かなプロセス柔軟性を与える。

前記特定した気体/液体反応システムに組込まれる3つの装置の主要部分に存する密接な共働および決定的な相互依存性は、それぞれ個々が行う機能の以下の簡潔な解析からより良く認

識し得る。よって：

- (1) 流体圧力駆動混合装置は均質な気体-液体混合物の形成に作用するのみならず、少なくともほぼ大気圧で好ましくは過圧下で再生タービンポンプに均一に同じものを供給する、
- (2) 多羽根羽根車を備え側部流路固定子素子を共働する再生タービンポンプは混合され容易に反応する気体および液体の均一な供給を円滑に受入れ、その通過を効果的に推進し、同時に少なくとも1気圧その圧力を上昇させて少なくとも約2気圧の圧力でこれを生成物を受入れ気体/液体を分離するタンクに排液し、さらに
- (3) 生成物受入れ分離タンクは、少なくとも約2気圧の圧力下で気体/液体分離が起るのを許容する液体レベル調節および圧力調節手段を備え、連続様式での生成物の配送のみならず所望するどの程度でも液体および/または気体成分の部分的リサイクルを単純化する。基本的な装置の記載および前記した簡潔な機

能解析から、混合物(1)およびポンプ装置(2)は本システムでリアクタとして有効に働く、すなわちこれらは所望の気体-液体反応を達成する優勢な帯域または段階を実際に提供することも理解されよう。装置のこれらの2つの部分の小型の性状およびこれらが有効に動作する高い処理量容積により、これを通過する間の気体/液体反応混合物の全滞留時間は、極めて僅かの秒数のみ、すなわち典型的には約1~5秒の量である。

これらの限定された滞留時間にも拘わらず、本システムおよび装置で容易な気体-液体反応を行うに際し反応体の変換および収率並びに所望の生成物の品質につき優れた結果が得られた。恐らく強い気体-液体相互作用および高度の乱流により、例えば再循環を全く行わなくても90%を超える変換がしばしば得られ、なお本システムの活性反応帯域および装置で均一混合相流体の流れが達成された。同様に、変換された反応体を基準とする所望の生成物の収率は一般に

90%を超え、副生物がほとんど或いは全く形成されないことを示す(例えば、次亜塩素酸塩ではなく亜塩素酸塩または塩素酸塩)。

本システムおよび装置は、常温でも熱力学的に好ましい高度に反応性の気体-液体の組合せについて操作する際に最も有利である。本発明の実際において特に興味深く適切なものは、有用な液体および/または気体反応生成物を与える化合物の水溶液(例えば塩または水酸化物)と塩素のような気体との間の反応である。例えば、塩素ガスは苛性アルカリソーダ溶液と反応して種々の感染防除および漂白処理に有用な次亜塩素酸ナトリウム溶液を形成することができる。同様に、次亜塩素酸(HOCl)の溶液を同様の様式で反応する苛性アルカリおよび塩素の比率を調整することにより製造し得る。その他、塩素ガスを炭酸または次亜塩素酸塩と反応させることにより HOCl 溶液を製造することができる。さらに、二酸化塩素のような活性試薬を含有する気体生成物流は亜塩素酸塩水溶液

を NO_2 または O_2 のような反応性気体と反応させることにより得ることができよう。

〔実施例〕

図面を参照して、ここに組まれた装置の主要な単位品には、ベンチュリジェットミキサ14、多段再生タービンポンプ16並びに生成物受入れタンク18が含まれ、これらを流体操作導管15および17により連続して連結する。ポンプ16の原動機は電動モータ24であり、これは、ポンプ16のタービン羽根車が少なくとも約1000rpmの速さで装着設置されるシャフトを駆動することができる。タンク18は、所望の過圧圧力のレベルを維持する圧力調節バルブ20およびベント21を備え、実質的な気体ヘッドスペースを確保すべく液体レベル制御器22を備える。ベント21は有毒ガスを除去する除去装置または他の十分な洗浄装置（図示せず）につなぐ。

適切な圧力下の例えば希苛性アルカリ溶液のような液体反応体を軸線方向に供給ライン11

を介しインジェクタノズル12を通してジェットミキサ14のベンチュリ部13に導入し、より低圧の気体塩素を供給ライン10を介してベンチュリ部13への入口を圍繞するジェットミキサ14のプレナムチャンバに供給する。塩素は低沸点であるため、冷液体として供給し前記プレナムチャンバに入ると同時にフラッシュ気化し得るようにすることもできる。供給ライン10および11はそれぞれ塩素源5および苛性アルカリ溶液源6に連結され、反応体の供給速度および圧力を調節する適切な制御バルブ7および9を備える。

ベンチュリジェットミキサ14およびタービンポンプ16を通過後、塩素バルクは反応して次亜塩素酸塩を形成し、残りの反応混合物は導管17を介して生成物受入れタンク18に排液し、液体生成物はこの下部に蓄積する。プロセスの自動フィードバック調節を所望するのであれば、pH分析器32のような連続モニタを生成物配送導管17からのバイパスラインに設置し

得る。この分析器からのシグナルをその後予備設定pH参照点を有しこれと前記シグナルとを比較して塩素供給速度調節バルブ9の比例調節を介して正しい動作が作用するよう図る調節器34に連続的に転送する。この種のフィードバック調節システムは、例外的に短い滞留時間のため本システムに使用するのに理想的に好適である。

未反応気体が再循環してプロセスの始めに戻るのを許容すべく、流れ制御バルブ25を含む流体操作導管23をタンク18の気体ヘッドスペースとベンチュリジェットミキサ14への気体供給ライン10との間に設ける。さらに、適応性を最大とすべく、タンク18の気体ヘッドスペースの下の部分に必要に応じて制御バルブ29を経てベンチュリジェットミキサ14の液体供給ラインへと導かれて戻る液体再循環ライン27の特徴を備え得る。最後に、タンク18は（その液体保持部に）、制御器22により賦課された液体レベル調節によって許容されるよ

う制御バルブ30を介してシステムから液体生成物を配送する排液ライン28をも備える。

再生タービンポンプ16で達成される反応混合物の再加圧の結果として、生成物受入れ気体／液体分離タンク18からプロセスの始めに残りの材料を再循環させれば極めて便利である。気体または液体再循環流（あるいは両方）を使用して操作の最大適用性につき至適結果を得ることができる。勿論、気体／液体分離タンクから気体反応体を直接再循環させて実現される利点は、液体生成物を製造する際に通常は大きい。最初の生成物が気体である場合、直接液体再循環は一般に優先的に考えるに値する。

塩素を苛性アルカリソーダ水溶液と反応させて次亜塩素酸ナトリウム漂白剤を製造する場合、含まれる原則的反応は次のように違む：



化学量論的には、この式は、反応する各1ポンドの Cl_2 について1.13ポンドの NaOH が必

要であり、これにより理論的には1.05ポンドの NaOCl と0.83ポンドの NaCl とが得られる。実際は、化学量論を越える少過剰の NaOH が、高pHの次亜塩素酸ナトリウム溶液が結果的に良好な安定性のものを与えるため（例えば、約11～13の範囲のpHは約5～15%過剰 NaOH を使用することにより一般に得られる）通常は好適である。よって、本発明に従って次亜塩素酸ナトリウムを製造する際は、1ポンドの塩素当り約1.2～1.3ポンドの NaOH の使用を推奨するが、これは塩素反応体のより良好な利用を促進する。

約10重量%未満の NaOCl を含有する液体漂白剤は、システムの通常でない熱除去手段または装置の必要性を回避すべく製造され、望ましい。よって、放出される反応熱は、たとえ出発苛性アルカリソーダ溶液を実質的にずっと約0℃に予備冷却するとしても、約10重量%の NaOCl を含有する液体漂白生成物の温度を最大の望ましい温度（すなわち約40℃）と

するのに十分である。よって、約1～約6重量% NaOCl を含有する漂白溶液は、本連続生成システムで製造する理想的な生成物を表し、幸運にも一般に大部分の工業的処理プロセスで最初に興味のある範囲にある。

本システムについての好適な反応温度は、極く穏和であり、一般に通常の気候温度と同様であり、ここで形成される気体-液体混合物は大部分大気圧を越える圧力に維持される。よって、第1段階インライン流れミキサ14に供給される最初の原動流体圧力は、一般に少なくとも2絶対気圧であり、実質的に大気圧未満でない圧力でこれより反応混合物を排液するのに十分であり、再生タービンポンプ16は少なくとも十分1気圧前記反応混合物の圧力を増加させるよう設ける。好ましくは、前記タービンポンプは、生成物受入れタンク18に排液された反応混合物を少なくともミキサ14に供給される最初の原動流体圧力とほぼ同じくらい高い圧力に再加圧する能力を有しよう。

この種の大幅な加圧圧力のこのような使用は、本システムで所望の反応の均一性および遂行を促進する有利な因子と考えられる。特に、ミキサ14およびポンプ装置16を介する気体/液体反応混合物の推進は、この種の大幅な過圧条件下では安定化されると共に極めて円滑かつ定期的に留まるに至る。物質移動および全反応速度は、一般に、例えば液体中の気体の増加した溶解性および他の類似作用の結果として、圧縮を通じて増加する。よって、最初の原動流体並びに生成物受入れタンク18の内容物についての好適な圧力は約40～約80 psiaとなろうが、ミキサ14から排液されポンプ16に供給される反応混合物の好適な圧力は約20～約40 psiaである。

前記記載およびその考察に示したように、添付図面に図示するフローシートの図は、本発明の操作原則をより具体的に示すと共にこれを成功裏に実用する十分な装置の特定の実施態様を同定すべく示すものである。すでに特定特記し

たこれらの主要な代替物に加えて、当業者にとっては、多くの他の過少な変形および置換は同様に実行可能であることは明らかであろう。

よって、主リアクタ装置（例えばジェットミキサ14およびポンプ16）のいずれか一方または双方を非水平位置で操作することが可能である。例えば、ポンプ16に頂部流入入口を設ければ、前記ポンプ入口に連結するインライン導管につきジェットミキサを水平に操作するのがより有利になり得る。同様に、システムに対し自動フィードバック調節を適用する他の機構をpH分析器32および共働する調節器34の代りに用い得る。例えば、他の生成物特性（例えばレドクスポテンシャル）の測定の基づく同様の装置を多くの場合、例えば次亜塩素酸塩、次亜塩素酸等の溶液を製造する場合に代りに用い得る。

以下の特定の操作例はさらに働きの詳細および本発明の好結果の実用に包含される考え方を説明するべくここに含まれるが、前記例は発明

の有用な範囲に対し如何なる臨界的限定を含むとして構成すべきではない。

操作例

この例により約2重量%のNaOClを含有する漂白水溶液を製造する添付図面に示したものと基本的に同様のシステムの使用を説明する。

前記図面を参照して、分当り100ガロンの0.6モルNaOH溶液(リットル当り24グラムNaOH)を40psigの圧力で2インチのパイプ連結を介してベンチュリジェットミキサ14のノズル12に供給するが、これはさもないければ3インチのパイプ連結を備え、分当り全部で17.2ポンドの塩素ガスを約10psigの圧力で前記ノズル12を圍繞するプレナムチャンバに供給する。その結果得られる塩素-苛性アルカリ反応混合物をベンチュリミキサから排液し、導管15を介して約15psigで3つの段の入口に送るが、低NPSHタービンポンプ16はそれぞれの段でタービン羽根車を有し、20H. P. 1800rpmモータにより駆動される。それ

ぞれのタービン羽根車は約20の羽根を有し、流路リング固定子素子の間に密着嵌合する。

(羽根車当り少なくとも6の羽根が有効な操作に必要であり、ロータ径により10~30の羽根のどれかが好適である。)

反応混合物をポンプ16から約50psigで排液し、20ガロンを越える容量を有し液体/気体界面をタンク高さの約30~70%に維持するように設定した液体レベル調節器と約45~50psigに設定した圧力制御器とを備えるタンク18に配送する。

前記タンクで形成する分離液体および気体相は、得られる液体漂白水溶液が約12のpHと約1.97重量%のNaOClの強さとを有すると認められると評価されたが、未反応塩素が分当り約1ポンドの速さでそこに蓄積した。これらの数字は、供給した塩素の約94%が反応し、反応する塩素を基準としたNaOClの収量は約98%だったことを示す。

その後、ミキサ14への新鮮な塩素の供給を

0.9ポンド/分減らして16.3ポンド/分の速さとし、0.9ポンド/分の未反応塩素をタンク16から導管23を介して再循環させ、前記新鮮な塩素と共にミキサ14に導入する以外は実質的に同じシステムで操作を再開した。液体漂白生成物の品質および未反応塩素を集める速さのどちらもこの改変操作によっては影響を受けず、本システムでの未反応塩素の再循環およびその有効利用の獲得の容易性を示した。

基本原則、説明を図る実施態様および種々の有用な改変並びにその変形を含む我々の発明を記載したが、添付記載する請求項の範囲はこれら自身の明確かつ特定の用語によってのみ限定され、説明の目的のためにのみここに記載した無償の賦課または特定の詳細の任意の包含または典型的条件によっては限定されないことを我々は意図する。

4. 図面の簡単な説明

添付第1図は、本発明に従って気体-液体反応を実施する連続プロセスの典型的なフローシ

ートを簡略に図示して表す図である。このフローシートは所定の装置の主要な単位品を図示して示し、例えば次亜塩素酸ナトリウム漂白剤希薄水溶液のような液体試薬の塩素ガスと希薄苛性アルカリ溶液との連続反応を介しての定常供給の長期生産のシステムとしてこの種の装置をどのように組合せ操作し得るかを示す。

- | | |
|--------------------|----------------|
| 5... 塩素源 | 6... 苛性アルカリ溶液源 |
| 7... 制御バルブ | 9... 制御バルブ |
| 10... 供給ライン | 11... 供給ライン |
| 12... インジェクタノズル | |
| 13... ベンチュリ部 | |
| 14... ベンチュリジェットミキサ | |
| 15... 流体操作導管 | |
| 16... 多段再生タービンポンプ | |
| 17... 流体操作導管 | |
| 18... 生成物受入れタンク | |
| 20... 圧力調節バルブ | 21... ベント |
| 22... 液体レベル制御器 | 23... 流体操作導管 |

- 24... 電動モータ 25... 流れ制御バルブ
27... 液体再循環ライン 28... 排液ライン
29... 制御バルブ 30... 制御バルブ
32... pH分析器 33... 転送手段
34... 調節器

特許出願人 クォンタム テクノロジーズ
 インコーポレイテッド

出願人代理人 弁理士 浜 田 治 雄

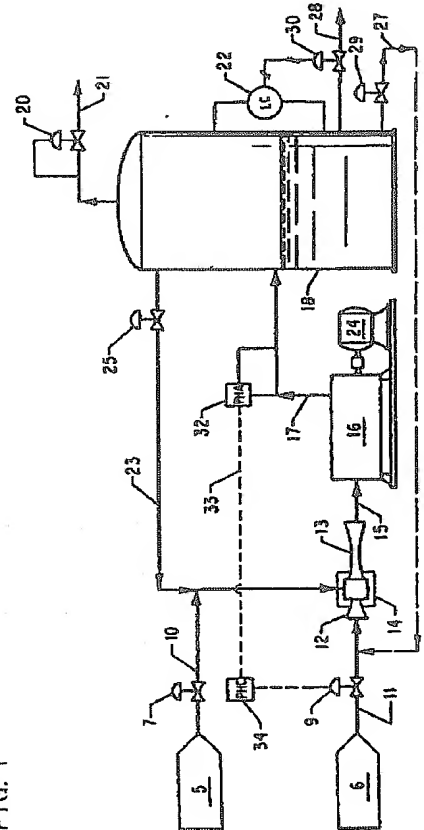


FIG. 1

手 続 補 正 書 (方式)

昭和63年 7月 6日

特許庁長官 吉 田 文 毅 殿

1. 事件の表示

昭和63年 特許願 第104363号

2. 発明の名称

気体と液体との連続反応方法および装置

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 アメリカ合衆国、オハイオ州 44087、ツインズバーグ、
エンタープライズ パークウェイ 1632番

名称 クォンタム テクノロジーズ インコーポレイテッド

代表者 リチャード ジェイ ギャラッチ

(国籍) (アメリカ合衆国)

4. 代 理 人

郵便番号 107-91
住所 東京都港区北青山2丁目7番22号鈴木ビル
電話 東京 (404) 5768・5769番
(郵送先: 東京都港区赤坂郵便局私書箱第75号)

氏名 (6401) 弁理士 浜 田 治 雄

5. 補正の対象

- (1) 願書の特許出願人の欄
- (2) 委任状 (原本および謄本)
- (3) 明 細 書

6. 補正の内容

- (1) 特許出願人の代表者名を補充した訂正願書別添付
- (2) 別添付
- (3) タイプ写真相明書別添付 (内容に変更ありません。)

方式
審査